

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-20801  
(P2002-20801A)

(43) 公開日 平成14年1月23日 (2002.1.23)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
B 2 2 F	1/00	B 2 2 F	V 4 K 0 1 8
	3/02		M

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2000-206373 (P2000-206373)

(22) 出願日 平成12年7月7日 (2000.7.7)

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72) 発明者 上ノ蘭 聡

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72) 発明者 尾崎 由紀子

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(74) 代理人 100099531

弁理士 小林 英一

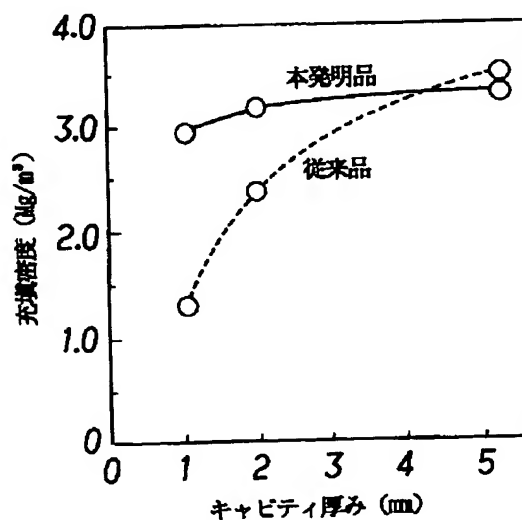
Fターム(参考) 4K018 AA24 BA14 BC29 CA08 KA51

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用鉄基混合粉

(57) 【要約】

【課題】 圧縮性に優れ、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を提供する。

【解決手段】 表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善粉末が結合材により固着された鉄基粉末と、さらに遊離潤滑剤とからなる鉄基混合粉とし、鉄基粉末を、60～90質量%のアトマイズ鉄粉と、40～10質量%の還元鉄粉とする。結合材は、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物およびエチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上、あるいはオレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなる結合材としてもよい。遊離潤滑剤は、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を用いるのが好ましい。



BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、潤滑剤と、あるいはさらに切削性改善用粉末とを含む鉄基混合粉であって、前記鉄基粉末が鉄基粉末全量に対し質量%で60～90%のアトマイズ鉄粉と、残余の40～10%の還元鉄粉とからなり、該鉄基粉末の表面には合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が結合材により固着され、かつ前記潤滑剤の全部または一部が遊離潤滑剤として存在することを特徴とする充填性に優れた粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項2】 前記還元鉄粉のうち、鉄基粉末全量に対し質量%で10～30%が遊離鉄基粉末として存在することを特徴とする請求項1に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項3】 前記結合材の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部であることを特徴とする請求項1または2に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項4】 前記結合材が、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物およびエチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上であることを特徴とする請求項3に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項5】 前記結合材が、オレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなることを特徴とする請求項3に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項6】 前記遊離潤滑剤の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部であることを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項7】 前記遊離潤滑剤が、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を含み、あるいはさらにステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種または2種以上を含むことを特徴とする請求項6に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項8】 前記熱可塑性樹脂粉が、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちから選ばれた少なくとも1種を前記熱可塑性樹脂粉に対し50質量%以上含有し、かつ1次平均粒径が0.03～5.0  $\mu\text{m}$ 、凝集平均粒径が5～50  $\mu\text{m}$ 、溶液粘度法で測定した平均分子量が3万～500万の熱可塑性樹脂粉であることを特徴とする請求項7に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金用鉄基混合粉に係り、とくに薄肉キャビティを有する金型への充填性に優れた粉末冶金用鉄基混合粉に関する。

【0002】

【従来の技術】粉末冶金用鉄基混合粉（以下、単に鉄基混合粉ともいう）は、ベースになる鉄基粉末としての鉄粉に、銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉等の合金用粉末と、さらにステアリン酸亜鉛等の潤滑剤とを混合し、さらに必要に応じて切削性改善用粉末を加えて製造するのが一般的である。しかしながら、このような鉄基混合粉では、合金用粉末などの原料粉末が偏析を生じやすいという問題がある。これは、鉄基混合粉が、粒子径、形状及び密度の異なる複数種の粉末を含んでいるためであり、混合後の輸送、ホッパへの装入、払出し、又は金型に充填して加圧成形処理等を行う際に、鉄基混合粉中で原料粉末が均一に分布しなくなる。

【0003】例えば、鉄粉と黒鉛粉との混合粉は、トラック輸送中の振動によって輸送容器内で鉄粉と黒鉛粉がそれぞれ勝手に運動、移動し、特に、比重の小さい黒鉛粉が表面に浮かび上がって偏析を生じ、混合粉内で均一に分布しなくなることが良く知られている。また、ホッパに装入された鉄粉と黒鉛粉との混合粉は、ホッパ内の移動で偏析を生じ、ホッパからの排出時期により、混合粉中の黒鉛粉濃度が異なってしまうことも良く知られている。

【0004】このような偏析を起こした鉄基混合粉を、金型に装入し加圧（圧縮）成形して成形体とし、その成形体を焼結して最終製品とすると、製品毎に組成が変動する。その組成変動の結果、製品の寸法および強度が大きくばらつき、不良品が生じることになる。このような鉄基混合粉に生じる偏析の問題に対して、例えば、特開平1-219101号公報には、潤滑剤0.3～1.3%、合金化元素粉0.1～10%および残部鉄粉よりなり、鉄粉表面に合金化元素粉が固着した粉末冶金用鉄粉が提案されている。この粉末冶金用鉄粉によれば、取扱時に成分偏析を生ぜず、均質な焼結品を得ることができるとしている。

【0005】また、特開平3-162502号公報には、添加物の偏析が少なく、流動性の経時変化の少ない、粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法が開示されている。特開平3-162502号公報に記載された方法は、鉄系粉末に脂肪酸を加えて混合し、ついで合金用粉末に金属石鹸を加えて混合したのち、あるいは混合中に昇温して、ついで混合しながら冷却して、脂肪酸と金属石鹸との共溶融物の結合力で鉄系粉末表面に合金用粉末を固着させるというものである。

【0006】また、特許第3004800号公報には、合金用粉末の鉄系粉末表面への結合材として、金属元素を含まない結合材を用いた鉄基混合粉が提案されている。金属

元素を含まない結合材とすることにより、焼結炉への汚染が少ないという利点があるとしている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記した従来技術により偏析防止処理を施された鉄基混合粉は、たとえばギヤ形状の金型へ充填されたとき、歯先の幅の狭い部位では、他の部位に比べ、充填密度が小さくなるという問題があった。さらに、このような成形体を焼結した場合には、部位により収縮量が異なり、部品の寸法精度が低下する。一般に、充填密度が異なり成形密度が異なると、焼結時の寸法変化率が異なり、さらに焼結密度が異なるのである。したがって、充填密度が低いギヤ歯先の部位は、焼結密度が低くなりやすく、ひいては強度も低くなる。通常、ギヤにおいては歯先の部位に最大の応力が生じるため、歯先の部位は強度が高いことが要求され、充填密度が高いことが望ましいのである。

【0008】このように、上記した従来技術により偏析防止処理を施された鉄基混合粉は、金型への充填性に問題があり、とくに金型の幅の狭い部位への充填量が小さくなる傾向を有していた。そこで、本発明者らは、上記した従来技術により偏析防止処理を施された鉄基混合粉の充填性について、実験で確認した。まず、この実験結果について説明する。

【0009】鉄粉としてのアトマイズ鉄粉に、合金用粉末として2質量%の銅粉、0.8質量%の黒鉛粉と、鉄粉と合金用粉末の合計量100重量部に対し、結合材として0.4重量部のステアリン酸亜鉛と0.2重量部のマシン油との加熱溶融物を混合して鉄粉表面に合金用粉末を固着させ、ついで遊離潤滑剤として0.3重量部のステアリン酸亜鉛を、混合して、鉄粉表面に合金用粉末を固着させた鉄粉と遊離潤滑剤との混合物である鉄基混合粉（従来品）とした。これら鉄基混合粉150gを20×60×100mmの大きさの粉箱に装入した（図1参照）。この粉箱を、図1に示すような配置で、200mm/sの速度で金型方向に移動させ、金型の真上で1s間停止したのち後退させた。これにより、金型に鉄基混合粉が充填された。使用した金型は、キャビティの厚み：tmm、長さ：60mm、深さ：60mmの金型とした。なお、厚みtmmは1、2、5mmに変化した。

【0010】充填後、488MPaの圧力で成形し、得られた成形体の重量を測定し、充填密度（成形体重量/金型体積）を算出して、鉄基混合粉の金型への充填性を評価した。これら鉄基混合粉（従来品）についての結果を、図2に示す。図2から、上記した鉄基混合粉である従来品では、金型のキャビティ厚みtが小さくなるとともに、充填密度が減少することがわかる。例えば、金型のキャビティ厚みtが、1mmとなると、鉄基混合粉は見かけ密度の半分も充填されていないことがわかる。このように、金型のキャビティ厚みが薄い場合には、アトマイズ鉄粉を用い従来の技術で偏析処理した鉄基混合粉は、低

い充填性しか有していないことが多い。

【0011】また、混合する銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉等の合金用粉末は、いずれも鉄粉より微粉末であるため、合金用粉末の混合により鉄基混合粉の比表面積が増大し、鉄基混合粉の流動性が低下する。このような鉄基混合粉の流動性の低下は、鉄基混合粉の成形用金型への充填性を低下させ、そのため成形体（圧粉体ともいう）の生産速度を低下させる原因ともなる。

【0012】このような問題に対し、例えば、特開平9-267195号公報には、粉箱内に表面にガス放出用孔を設けたパイプを設け、該ガス放出用孔から流出するガスにより粉末を浮動化させてのち、重力によりキャビティ内に粉末を充填する粉末充填方法が開示されている。しかしながら、特開平9-267195号公報に記載された技術では、特殊な装置を必要とするため、設備費が増大し、製造コストが増加するという問題があった。

【0013】さらに近年、自動車車体の軽量化の要求に伴い、自動車用焼結部品も小型化が指向されている。しかし、部品の小型化とともに、部品にかかる応力は高まる傾向にある。このため、同一成分の部品であれば、より強度の高い部品、すなわちより密度の高い部品が望まれている。（同一成分の焼結体であれば、一般に密度が高いほど強度が高いのである。）

このようなことから、小型化した、密度の高い焼結部品を得るためには、偏析防止処理を施され、圧縮性に優れ、かつ金型の幅の狭い部分への充填性に優れた鉄基混合粉が要求されている。

【0014】本発明は、従来技術の問題を有利に解決し、密度の高い焼結部品を安定してかつ特性のばらつき少なく製造できる、圧縮性に優れ、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を解決するために、圧縮性、充填性に及ぼす各種要因について鋭意研究した。まず、高い密度の焼結部品を得るためには、鉄基混合粉の鉄基粉末として、圧縮性に優れる鉄粉を使用する必要がある。圧縮性に優れる鉄粉としては、アトマイズ鉄粉が挙げられるが、本発明者らの検討によれば、アトマイズ鉄粉を使用した鉄基混合粉は、還元鉄粉を使用した鉄基混合粉より、狭いキャビティを有する金型への充填性に劣ることを見いだした。

【0016】そこで、本発明者らは、アトマイズ鉄粉を使用した鉄基混合粉の充填性改善について検討した。その結果、本発明者らは、鉄粉として、アトマイズ鉄粉に加えて適正量の還元鉄粉を混合することにより、大きな圧縮性低下を伴うことなく、図2に本発明品として示すように、鉄基混合粉の充填性を顕著に向上させることができることを見いだした。本発明の鉄基混合粉（本発明品）は、1mmのキャビティ厚みでも十分に充填でき従来品に比べ充填性が顕著に向上することが図2からわか

る。また、本発明者らは、結合材、潤滑剤を適正なものとするにより、さらに充填性が改善されることも見いだした。

【0017】本発明は、上記した知見に基づいて、さらに検討を加え完成されたものである。すなわち、本発明は、鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、潤滑剤と、あるいはさらに切削性改善用粉末とを含む鉄基混合粉であって、前記鉄基粉末が鉄基粉末全量に対し質量%で60～90%のアトマイズ鉄粉と、残余の40～10%の還元鉄粉とからなり、該鉄基粉末の表面には合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が結合材により固着され、かつ前記潤滑剤の全部または一部が遊離潤滑剤として存在することを特徴とする充填性に優れた粉末冶金用鉄基混合粉であり、また、本発明では、前記還元鉄粉のうち、鉄基粉末全量に対し質量%で10～30%が、表面に合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末の固着のない、遊離鉄基粉末として存在することが好ましい。

【0018】また、本発明では、前記結合材の含有量が鉄基粉末、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部であることが好ましく、また、本発明では、前記結合材を、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物およびエチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。

【0019】また、本発明では、前記結合材を、オレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなる結合材としてもよい。また、本発明では、前記遊離潤滑剤の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部であることが好ましく、また、本発明では、前記遊離潤滑剤が、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を含み、あるいはさらにステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種または2種以上を含むことが好ましい。

【0020】また、本発明では、前記熱可塑性樹脂粉を、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちから選ばれた少なくとも1種を前記熱可塑性樹脂に対し50質量%以上含有し重合したものとし、かつ1次平均粒径が0.03～5.0μm、凝集平均粒径が5～50μm、溶液比粘度法で測定した平均分子量が3万～500万の熱可塑性樹脂粉とするのがよい。

【0021】

【発明の実施の形態】本発明の粉末冶金用鉄基混合粉は、鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、潤滑剤と、あるいはさらに切削性改善粉末とを含む鉄基混合粉であり、偏析防止処理として、鉄基粉末の表面には合金用粉末、あるいは切削性改善粉末、あるいは合金用粉末および切削性改善粉末が結合材により固着されている。

【0022】さらに、本発明では、鉄基粉末は、アトマイズ鉄粉を主として、さらに、鉄基粉末全量に対し質量%で40～10%の還元鉄粉を含有することを特徴とする。すなわち、鉄基粉末は、鉄基粉末全量に対し質量%で60～90%のアトマイズ鉄粉と、残余の40～10%の還元鉄粉とからなるものとする。これにより、圧縮性が大きく低下することなく充填性が顕著に向上する。還元鉄粉の含有量が40質量%を超えると、鉄基混合粉の充填性は向上するが、圧縮性が低下する。また、還元鉄粉の含有量が10質量%未満では充填性の改善効果が認められない。なお、還元鉄粉の含有量は、15～30質量%とするのが好ましい。なお、本発明の鉄基混合粉においては、アトマイズ鉄粉と還元鉄粉は、単に混合しているだけでよく冶金的結合を有する必要はない。

【0023】また、含有する還元鉄粉の一部を、すなわち鉄基粉末全量に対し質量%で、10～30%の還元鉄粉を、表面に合金用粉末も切削性改善粉も固着されていない鉄粉（以下、遊離鉄基粉末という）とすることが、鉄基混合粉の充填性向上の観点からはさらに好適である。遊離鉄基粉末となる還元鉄粉の含有量が10質量%未満では充填性の改善効果が少なく、一方、30質量%を超えると充填性は向上するが、圧縮性が低下する。なお、遊離鉄基粉末となる還元鉄粉の含有量は15～30質量%の範囲とするのがより好ましい。

【0024】なお、本発明において、鉄基粉末として主に使用するアトマイズ鉄粉は、溶湯からアトマイズ法により製造された純鉄粉あるいは合金鋼粉、あるいはそれらの混合としてもよい。また、使用するアトマイズ鉄粉は、アトマイズ法により製造された純鉄粉あるいは合金鋼粉の表面に合金粉が部分合金化されて固着した部分合金化鋼粉としてもよい。

【0025】また、鉄基粉末として、アトマイズ鉄粉に加えて使用される還元鉄粉は、鋼材の製造時に生成するミルスケールや鉄鉱石を還元して得られた還元鉄粉を用いるのが好ましい。また、鉄基混合粉には合金用粉末が混合されるが、合金用粉末は、黒鉛粉、銅粉、Ni粉等の各種合金粉等を用いるのが好ましい。なお、合金用粉末の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および必要に応じ混合される場合は切削性改善用粉末を含めた合計量に対し、5.0質量%以下とするのが好ましい。

【0026】また、鉄基混合粉には、必要に応じ、焼結体の切削性を改善する切削性改善用粉末が混合されるが、切削性改善用粉末は、製品焼結体に要求される特性

を考慮して、タルク粉、金属硫化物粉等が選定される。なお、切削性改善用粉末の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量に対し、5.0質量%以下とするのが好ましい。

【0027】また、鉄基混合粉には、合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末を鉄基粉末表面に固着し、偏析を防止するため、結合材が混合される。本発明では、結合材の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部とすることが好ましい。結合材の含有量が、0.1重量部未満では合金用粉末の偏析防止効果がなく、一方、1.0重量部を超えると、鉄基混合粉の充填性が低下する。

【0028】結合材として、本発明では、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物およびエチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上（結合材A）とするのが好ましい。また、本発明では、結合材は、オレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなる結合材（結合材B）としてもよい。

【0029】また、鉄基混合粉には、鉄基混合粉の流動性を高め、金型への充填性を改善するとともに鉄基混合粉を金型中で加圧成形する際に摩擦熱で溶融しない軟化して成形体の抜き出し力を低下させるために潤滑剤が混合される。潤滑剤がこのような作用を発揮するには、潤滑剤は遊離潤滑剤として存在する必要がある。本発明でいう、遊離潤滑剤とは、鉄基混合粉中で、鉄基粉末（鉄粉）、合金用粉末と結合せず、遊離して存在する潤滑剤を意味する。遊離潤滑剤の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とすることが好ましい。遊離潤滑剤の含有量が0.1重量部未満では鉄基混合粉の充填性が低下し、一方、0.5重量部を超えて含有すると充填性が低下するとともに成形体密度が低下する。

【0030】本発明では、遊離潤滑剤を、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上とするか、あるいは熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上に、さらにステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種または2種以上を添加したものとすることが好ましい。

【0031】遊離潤滑剤として、熱可塑性樹脂、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた

1種または2種以上を含有することにより、鉄基混合粉の充填性が顕著に向上する。なお、熱可塑性樹脂、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し0.05重量部以上とするのが、鉄基混合粉の流動性、金型への充填性向上の観点から好ましい。

【0032】また、熱可塑性樹脂粉は、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちから選ばれた少なくとも1種を熱可塑性樹脂粉に対し50質量%以上含有し重合したものとするのが好ましい。単量体である、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル及び芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種の含有量が、熱可塑性樹脂粉全量に対し、50質量%未満の場合には、鉄基混合粉の流動性改善が充分とならない恐れがある。なお、単量体は、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちの1種を単独としても、あるいは2種以上を組合わせても、いずれでもよい。

【0033】アクリル酸エステルとしては、例えば、メチルアクリレート、エチルアクリレート、n-プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、sec-ブチルアクリレート、t-ブチルアクリレート、n-ヘキシルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、n-オクチルアクリレート等が例示される。

【0034】また、メタクリル酸エステルとしては、例えば、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、n-プロピルメタクリレート、イソプロピルメタクリレート、n-ブチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート、n-ヘキシルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、n-オクチルメタクリレート等が例示される。これらの単量体の中で、特にメチルメタクリレートを好適に使用することができる。

【0035】また、芳香族ビニル化合物としては、例えば、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ジビニルベンゼン及びこれらの単量体のベンゼン核に、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等が置換された単量体、例えばビニルトルエンやイソブチルスチレン等を挙げることができる。また、上記したアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちの少なくとも1種の単量体に、共重合可能な他の単量体を、単量体全量に対し好ましくは0～45質量%添加して、熱可塑性樹脂としたものを遊離潤滑剤として使用してもよい。

【0036】上記した3種の単量体と共重合可能な他の単量体としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、2-エチルアクリル酸、クロトン酸、ケイ皮酸などの不

飽和モノカルボン酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、シトラコン酸、クロロマレイン酸等の不飽和ジカルボン酸やその無水物、マレイン酸モノメチル、マレイン酸モノブチル、フマル酸モノメチル、フマル酸モノエチル、イタコン酸モノメチル、イタコン酸モノエチル、イタコン酸モノブチル等の不飽和ジカルボン酸のモノエステルやその誘導体、グリシジルメタクリレート、グリシジルアクリレート、グリシジルー p-ビニルベンゾエート、メチルグリシジルイタコネート、エチルグリシジルのマレエート、グリシジルのビニルスルホネート、グリシジルのエーテル類、ブタジエンモノオキシド、ビニルシクロヘキセンモノオキシド、5, 6-エポキシヘキセン、2-メチル-5, 6-エポキシヘキセン等のエポキシドオレフィン類、アクリロニトリルやメタクリロニトリルなどのシアン化ビニル類、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ミリスチン酸ビニル、オレイン酸ビニル、安息香酸ビニル等のビニルエステル類、ブタジエン、イソブレン、1, 3-ペンタジエン、シクロペンタジエン等の共役ジエン系化合物

1, 4-ヘキサジエン、ジシクロペンタジエン、エチリデンノルボルネン等の非共役ジエン系化合物、を挙げることができる。

【0037】また、共重合可能な単量体として、反応性が実質上等しい2個以上の二重結合を有する架橋性単量体を、単量体合計量に対し質量%で0.1~2%添加してもよい。架橋性単量体は、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、ブチレングリコールジアクリレート、ブチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパンジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、ヘキサジオールジアクリレート、ヘキサジオールジメタクリレート、オリゴキシエチレンジアクリレート、オリゴキシエチレンジメタクリレート、さらにはジビニルベンゼン等の芳香族ジビニル単量体、トリメリット酸トリアリル、トリアリルイソシアヌレート等が例示できる。

【0038】そして、これら熱可塑性樹脂粉は、1次平均粒径が0.03~5.0  $\mu\text{m}$ 、凝集平均粒径が5~50  $\mu\text{m}$ 、溶液比粘度法で測定した平均分子量が3万~500万の熱可塑性樹脂粉とするのがよい。本発明でいう、一次平均粒径とは図3に示すように、熱可塑性樹脂粉の個々の粒子(一次粒子1)の粒径3の平均値を意味する。また、凝集平均粒径とは、一次粒子1が凝集して形成する凝集粒子2の粒径4の平均値を意味する。一次平均粒径は、走査型電子顕微鏡で凝集粒子を観察し、撮像した写真から、凝集粒子を形成している一次粒子50個程度の径(一次粒径)を実測し、平均したものである。また、凝集平均粒径は、同様に走査型電子顕微鏡で凝集粒子を観察し、撮像した写真から凝集粒子50個程度について粒径を測定

し、平均したものである。

【0039】また、本発明では、平均分子量は、溶液比粘度法で測定するものとする。溶液比粘度法とは、試料樹脂0.2gをテトラヒドロフラン50mlに溶解した溶液の35℃における粘度Aを、同じ温度の溶媒(テトラヒドロフラン)の粘度Bに対する比、 $A/B$ (比粘度)として求め、平均分子量既知の各種標準ポリスチレンで予め定めていた比粘度-平均分子量の関係から、試料樹脂の平均分子量を求める方法である。

10 【0040】熱可塑性樹脂粉の一次平均粒径は0.03~5.0  $\mu\text{m}$ とするのが好ましい。一次平均粒径が0.03  $\mu\text{m}$ 未満では、鉄基混合粉の製造コストが高くなり、工業製品として高価となる。一方、5.0  $\mu\text{m}$ を超えると、成形体の密度(以下、単に圧縮性ともいう)が低下する。なお、一次平均粒径は、0.05~3.0  $\mu\text{m}$ とするのがより好ましい。

【0041】また、熱可塑性樹脂粉の凝集平均粒径は、5~50  $\mu\text{m}$ の範囲とするのが好ましい。凝集平均粒径が5  $\mu\text{m}$ 未満では、鉄基混合粉の流動性やホッパ排出性が低下する。一方、50  $\mu\text{m}$ を超えると、焼結体の引張強さが従来品より低下する。なお、凝集平均粒径は、10~40  $\mu\text{m}$ とするのがより好ましい。さらに、熱可塑性樹脂粉としては、一次平均粒径の異なる2種以上の熱可塑性樹脂粉を混合することができるが、その場合、混合した熱可塑性樹脂粉の一次平均粒径としては、混合した粉末の平均値が0.03~5.0  $\mu\text{m}$ になるように、混合比率を調整するのが好ましい。

【0042】また、熱可塑性樹脂粉の溶液比粘度法で測定した平均分子量は3万~500万の範囲とするのが好ましい。平均分子量が3万未満では、鉄基混合粉の製造コストが高くなり過ぎ、製品が高価となる。一方、平均分子量が500万を超えては、鉄基混合物の流動性とホッパ排出性が従来品より低下する。上記した熱可塑性樹脂粉の製造方法については、本発明では特に限定されないが、従来よりポリメチルメタクリレート等の微細樹脂粉末の製造に用いられている方法がいずれも好適である。これらの方法の中でも、特に、粒径が極微細とならず、且つ球形粒子が得られる重合法、例えば、微細懸濁重合法、乳化重合法、播種乳化重合法などが好適である。

40 【0043】微細懸濁重合法としては、ラジカル重合開始剤として油溶性開始剤を用い、重合開始前に単量体油滴の粒径を均質化処理して予め調節し、均質分散重合させる方法が好適である。油溶性のラジカル重合開始剤としては、例えば、ベンゾイルパーオキシド、ジー3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、ジラウロイルパーオキシド等のジアシルパーオキシド類、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、ジーsec-ブチルパーオキシジカーボネート、ジー2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート等のパーオキシジカーボネート類、t-ブチルパーオキシビバレート、t



ーブチルパーオキシネオデカノエート等のパーオキシエステル類、アセチルシクロヘキシルスルホンルパーオキサイド、ジサクシニクアッシドパーオキサイド等の有機過酸化物、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス-2-メチルブチロニトリル、2, 2'-アゾビスジメチルバレロニトリル等のアゾ化合物などを使用することができる。

【0044】また、これらのラジカル重合開始剤は、1種を単独でも、あるいは2種以上を組み合わせて用いることもできる。その使用量は、単量体の種類と量及び仕込方式などによって適宜選択することができるが、通常、使用単量体100重量部当り、0.001～5.0重量部の範囲で使用することが好ましい。なお、微細懸濁重合法の実施に際しては、通常、界面活性剤や分散剤が用いられる。

【0045】界面活性剤としては、例えば、ラウリル硫酸エステルナトリウム、ミリスチル硫酸エステルナトリウム等のアルキル硫酸エステル塩類、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸カリウム等のアルキルアリールスルホン酸塩類、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム、ジヘキシルスルホコハク酸ナトリウム等のスルホコハク酸エステル塩類、ラウリン酸アンモニウム、ステアリン酸カリウム等の脂肪酸塩類、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩類、ポリオキシエチレンアルキルアリールスルホン酸ナトリウム等のアニオン性界面活性剤類、ソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート等のソルビタンエステル類、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル類等のノニオン性界面活性剤類、セチルピリジニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムブロマイド等のカチオン性界面活性剤、などを挙げることができる。

【0046】また、分散剤としては、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、ポリビニルピロリドン等を挙げることができる。これらの界面活性剤や分散剤は、1種を単独でも、あるいは2種以上を組み合わせて用いても良い。その使用量は、通常、使用単量体100重量部当り、0.05～5重量部、好ましくは0.2～4重量部の範囲で適宜選択することができる。

【0047】また、微細懸濁重合法では、まず水性媒体中に、油性開始剤、単量体、界面活性剤及び必要に応じて用いられる高級脂肪酸類や高級アルコール類などの重合助剤、その他の添加剤を加えて予め混合し、ホモジナイザーにより均質化処理して、油滴の粒径調節を行なう。ホモジナイザーには、例えば、コロイドミル、振動攪拌機、二段式高圧ポンプ、ノズルやオリフィス等からの高圧噴出、超音波攪拌等が利用できる。加えて、油滴粒径の調節は、均質化処理時の剪断力の制御、重合中の

攪拌条件、反応装置の形式、界面活性剤や添加剤の量等に影響されるが、これらは、簡単な予備実験により適当な条件を選択することができる。そして、全単量体の均質化処理液を重合缶に送り、ゆっくりと攪拌しながら昇温し、通常30～80℃の範囲の温度において重合を行なう。

【0048】このようにして、一次平均粒径が0.03～5.0μmの熱可塑性樹脂粉粒子が均質に分散した乳化液または懸濁液を得ることができる。この乳化液又は懸濁液を噴霧乾燥したり、あるいは、熱可塑性樹脂粒子を凝集した後に、ろ過して液漿を分離し、乾燥、粉碎することで熱可塑性樹脂粉末を得ることができる。その熱可塑性樹脂の重量平均分子量は、反応温度や重合度調節剤で所望の値に調節すれば良い。

【0049】つぎに、本発明の鉄基混合粉の好ましい製造方法の一例について説明する。まず、鉄基粉末として鉄基粉末全量に対し質量%で60～90%のアトマイズ鉄粉と、残余の40～10%の還元鉄粉と、合金用粉末と、あるいはさらに切削性改善用粉末と、結合材とを混合し、混合物とする。なお、結合材は鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部混合するのが好ましい。結合材としては、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。

【0050】この混合物を加熱しながら混合（こまめを一次混合とする）する。なお、一次混合の加熱温度は、結合材が1種の場合は、その結合材の融点より10～100℃高い温度で、結合材が2種以上の場合は、それら結合材の融点のうちの最低値より10℃以上、それら結合材の融点のうちの最高値以下の温度とするのが好ましい。この加熱により、少なくとも1種の結合材が溶融される。上記した下限温度未満では、結合材の結合機能が発揮されず、また上記した上限温度を超えると、熱分解等により結合機能が低下するとともに、ホップ排出性能が低下する。

【0051】ついで、この一次混合粉を冷却することにより、鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を固着される。鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を固着した一次混合粉に、さらに潤滑剤を添加し、混合（これを二次混合とする）して、鉄基混合粉とする。二次混合の温度は、添加する潤滑剤の融点のうちの最低値未満とするのが好ましい。なお、より好ましくは室温である。また、添加する潤滑剤の量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とするのが好ましい。二次混合で添加した潤滑剤は、遊離潤滑剤となり、鉄基粉末等とは結合せず遊離状態で混

合粉中に存在する。

【0052】遊離潤滑剤となる、二次混合時に添加される潤滑剤としては、上記した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を必ず含み、必要に応じて、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物の1種または2種以上を含む潤滑剤とするのが好ましい。なお、熱可塑性樹脂粉は、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル及び芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種を熱可塑性樹脂粉に対し50質量%以上含有して重合されたものとするのが好ましい。

【0053】なお、本発明では、鉄基粉末として添加される還元鉄粉の一部、好ましくは鉄基粉末全量に対し10～30質量%を、二次混合時に添加してもよい。これにより、還元鉄粉は、表面に合金粉末または切削性改善用粉末の固着のない、遊離鉄基粉末とすることができる。還元鉄粉を遊離鉄基粉末とすることにより、鉄基混合粉の充填性はさらに顕著に改善される。

【0054】また、本発明の鉄基混合粉は次のような(1)～(4)の工程により製造してもよい。

(1) 90～60質量%のアトマイズ鉄粉と10～40質量%の還元鉄粉とからなる鉄基粉末に、合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を加え、さらに液状の結合材をスプレー噴霧したのち、混合する。液状の結合材としては、オレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちの1種または2種以上を用いるのが好ましい。

(2) これら混合物に、さらにステアリン酸亜鉛を添加し、混合して、一次混合物とする。なお、ステアリン酸亜鉛の添加量は、オレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちの1種または2種以上との合計量で鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部とするのが好ましい。

(3) 一次混合粉を、110～150℃に加熱しながら二次混合する。この加熱により、少なくともステアリン酸亜鉛とオレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちの1種以上との加熱熔融物が生成する。なお、二次混合の加熱温度が、110℃未満では、合金用粉末の偏析が大きくなるという問題がある。また、150℃を超えると、鉄基粉末が酸化する可能性があり、酸化すると鉄粉が硬質化して圧縮性が低下するという問題がある。

【0055】ついで、この二次混合粉を冷却することにより、鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が強固に固着する。

(4) 鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を固着した二次混合粉に、さらに潤滑剤を

添加し、三次混合して、鉄基混合粉とする。三次混合の温度は、添加する潤滑剤の融点のうちの最低値未満とするのが好ましい。なお、より好ましくは室温である。また、添加する潤滑剤の量は、鉄基粉末、合金用鉄粉および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とするのが好ましい。三次混合で添加した潤滑剤は、遊離潤滑剤となり、鉄基粉末等とは結合せず遊離状態で混合粉中に存在する。

【0056】3次混合で添加する潤滑剤の種類は、上記した遊離潤滑剤と同じでなんら問題はない。なお、本発明では製造方法の工程(1)で混合される還元鉄粉の一部、好ましくは鉄基粉末全量に対し10～30質量%を、

(4)の三次混合時に添加してもよい。これにより、還元鉄粉は、表面に合金粉末または切削性改善用粉末の固着のない、遊離鉄基粉末とすることができる。還元鉄粉を遊離鉄基粉末とすることにより、鉄基混合粉の充填性はさらに顕著に改善される。

【0057】また、本発明の鉄基混合粉の製造方法は、上記した2例の製造方法に限定されるものではないことはいうまでもない。上記した製造方法以外の方法の一例として、例えば、有機溶剤に溶解あるいは分散させた結合材と、鉄基粉末、合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末とを混合したのち、有機溶媒を蒸発させ、鉄基粉末表面に合金粉末、切削性改善用粉末を固着させ、しかるのちに潤滑剤を添加混合して遊離潤滑剤の存在する鉄基混合粉としてもよい。

【0058】なお、本発明の鉄基混合粉は、一般の粉末冶金における製造プロセスのいずれもが適用可能である。すなわち、成形後焼結のままで、あるいは成形し焼結した後に、浸漬焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れ等の熱処理を施すことも可能である。

【0059】

【実施例】(実施例1) まず、鉄基粉末974gと、表1に示す量の合金用粉末と、表1に示す量の結合材とを、加熱混合機に装入して十分に混合して、混合物とした。鉄基粉末としては、表1に示す比率のアトマイズ鉄粉(川崎製鉄製：KIP301A)と還元鉄粉(川崎製鉄製：255 M)を使用した。また、合金用粉末としては、平均粒径23μmの黒鉛粉末6gと、平均粒径25μmの電解銅粉20gを添加した。また、結合材としては、表1に示す種類と量の結合材を予備混合して用いた。なお、表1に示す含有量は、鉄基粉末および合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末の合計量100重量部に対する重量部で表示した。

【0060】そして、これら混合物を、表1に示す温度に混合(ここまですべては一次混合とする)を続けながら加熱し、一次混合物とした。引き続き、一次混合物を、混合しながら、85℃以下に冷却した。さらに、40℃まで冷却した後、表1に示す種類と量の遊離潤滑剤を添加し、均一になるよう混合(ここまですべては二次混

10

20

30

40

50



合とする)したのち、加熱混合機から排出し、鉄基混合粉とした。なお、二次混合時に添加した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム以外の潤滑剤の記号と種類の関係を表2に示す。また、二次混合時に使用した熱可塑性樹脂粉の記号と種類の関係と、それらの組成、重合方法、一次粒径、凝集粒径および分子量を表3に示す。

【0061】なお、一部(鉄基混合粉 No.1-17)では、二次混合時に潤滑剤とともに還元鉄粉(15質量%)を添加した。得られた鉄基混合粉について、充填性、圧縮性、偏析性を評価した。

#### (1) 充填性試験

図1にその配置を模式的に示す装置を用いて、鉄基混合粉の充填性試験を実施した。鉄基混合粉(供試混合粉)150gを充填した粉箱(100×60×20mm)を、200 mm/sの速度で金型方向に移動させ、 $t=1$  mmのキャビティを有する金型の真上で停止させ、1 s間保持し鉄基混合粉を金型に充填したのち後退させた。充填後、488MPaの圧力で成形し成形体とした。

【0062】これら成形体の重量を測定し、充填密度 $\{=(\text{成形体重量})/(\text{キャビティの体積})\}$ を求めた。この充填密度を粉箱中の鉄基混合粉の見かけ密度で割った値を充填値とし、充填性を評価した。充填値が大

きいほど、充填性がよいことを示す。

#### (2) 圧縮性試験

鉄基混合粉(供試混合粉)を、直径25mmφ×20mm高さのタブレットに圧力5 ton/cm<sup>2</sup>(490MPa)で成形し成形体とした。これら成形体の密度(圧粉密度)を測定し圧縮性を評価した。

#### (3) 偏析性試験

鉄基混合粉中に含まれる黒鉛粉(合金用粉末)の偏析を調査し、偏析性を評価した。鉄基混合粉(供試混合粉)を篩分けし、100メッシュ(150 μm)の篩を通過し、200メッシュ(75 μm)を通過しない粉について、炭素の定量分析を行った。また、鉄基混合粉(供試混合粉)全体の炭素の定量分析も行った。これらの結果から、下記に定義される炭素の付着度を用い偏析性を評価した。

【0063】炭素付着度 $=\{100 \text{メッシュ}(150 \mu\text{m})$ を通過したものから200メッシュ(75 μm)を通過しない範囲の粒度までの鉄基混合粉のC分析値 $\}/(\text{鉄基混合粉のC分析値}) \times 100$ (質量%)  
炭素付着度が大きいほど、鉄基混合粉の黒鉛粉の偏析が小さいことを意味する。

【0064】これらの結果を表1に示す。

【0065】

【表1】

鉄基混合粉 No.	鉄基粉末		合金用粉末	切削性改善用粉末	一次混合加温温度 ℃	結 合 材					遊離潤滑剤																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																								
	アトマイズ鉄粉	還元鉄粉				質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%

\*) ( ) 内 = (アトマイズ鉄粉) × 100 (質量%)

\*\*) 遊離鉄基合金粉

(11)

特開2002-20801

20

19

【表1-2】

鉄基混合粉 No	鉄基混合粉特性			備考
	充填性	圧縮性	偏析性	
	充填値	圧粉密度 [g/m <sup>3</sup> ]	炭素付着度 %	
1-1	0.81	6.88	85	本発明例
1-2	0.89	6.87	85	
1-3	0.85	6.86	85	
1-4	0.86	6.85	84	
1-5	0.87	6.83	85	
1-6	0.83	6.87	84	
1-7	0.84	6.86	86	
1-8	0.86	6.83	82	
1-9	0.85	6.84	84	
1-10	0.84	6.83	83	
1-11	0.83	6.85	86	
1-12	0.86	6.86	87	
1-13	0.85	6.84	85	
1-14	0.87	6.85	86	
1-15	0.86	6.84	83	
1-16	0.84	6.83	82	
1-17	0.91	6.83	85	
1-18	0.86	6.83	87	
1-19	0.35	6.90	86	比較例
1-20	0.40	6.89	88	本発明例
1-21	0.82	6.87	86	
1-22	0.70	6.82	85	
1-23	0.60	6.88	89	
1-24	0.65	6.80	84	

【0067】

【表3】

【表2】

記号	種類
a	スチレン 酸
b	ポリスチレン 酸
c	スチレン 酸
d	スチレン 酸 とポリスチレン 酸 との溶解混合物
e	ポリスチレン 酸
f	分子量1万以下のポリスチレン、ポリスチレン 酸 と 分子量1万以下のポリスチレンとの溶解混合物
g	分子量1万以下のポリスチレン

10

【0068】

【表4】

20

30

(表3)

熱可塑性樹脂粉の種類記号	熱可塑性樹脂粉の製造条件			熱可塑性樹脂粉の性状		
	組成物	組成比重量%	重合法	平均分子量(万)	一次粒径 $\mu\text{m}$	凝集粒径 $\mu\text{m}$
A	MMA	100	共重合	40	0.04	30
B	BA/MMA	60/40	2段階重合	200	1	40
C	ST/BMA	70/30	共重合	300	3	25
D	MMA/BD	85/15	共重合	80	0.08	15
E	MMA/BMA	70/30	共重合	60	0.4	30
F	ST/AN	80/20	共重合	100	0.3	20
G	BA/ST	60/40	2段階重合	250	0.1	15

注) MMA:メチルメタクリレート (メタクリル酸メチル)  
 BMA: n-ブチルメタクリレート  
 BA:エチルメタクリレート  
 ST:スチレン  
 AN:アクリロニトリル  
 BD:ブチルアクリレート  
 ST:スチレン

【0069】本発明例(鉄基混合粉No.1-1~No.1-18)はいずれも、成形密度が $6.83\text{Mg}/\text{m}^3$ 以上、炭素付着度が80%以上、かつ充填値が0.8以上と、充填性、圧縮性に優れかつ黒鉛粉の偏析が少ない鉄基混合粉であることがわかる。本発明範囲から還元鉄粉量が外れる鉄基混合粉(No.1-19、No.1-20)では、充填性が低下する。また、結合材量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉(No.1-21)では、偏析が若干大きくなる傾向を示し、また、結合材量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉(No.1-22)では、充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が、本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉(No.1-23)では、充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が、本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉(No.1-24)では、圧縮性が若干低下する傾向を示している。

(実施例2) まず、鉄基粉末974gと、合金用粉末として黒鉛粉6g、銅粉20gとに、結合材として表4に示すオレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちから選ばれた1種または2種以上をスプレー噴霧したのち、混合する一次混合を行った。なお、結合材の添加量は、鉄基粉末、合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末の合計量100重量部に対する重量部で表示した。鉄基粉末としては、表4に示す比率のアトマイズ鉄粉(川崎製鉄製: KIP301A)と還元鉄粉(川崎製鉄製: 270MS)を使用した。また、合金用粉末としては、平均粒径 $23\mu\text{m}$ の黒鉛

粉末と、平均粒径 $25\mu\text{m}$ の電解銅粉を用いた。なお、鉄基混合粉No.2-9では、銅粉に加えて、切削性改善用粉末として平均粒径 $20\mu\text{m}$ のMnS粉末を添加した。

【0070】について、一次混合した混合粉に、結合材として、さらに表4に示す量のステアリン酸亜鉛を添加して、加熱混合機に装入して十分に混合して、混合物とした。そして、この混合物を $140^\circ\text{C}$ で混合しながら加熱し、二次混合物とした。引き続き、二次混合物を、混合しながら、 $85^\circ\text{C}$ 以下に冷却した。さらに、 $40^\circ\text{C}$ まで冷却した後、表4に示す種類と量の遊離潤滑剤を添加し、均一になるよう三次混合したのち、加熱混合機から排出し、鉄基混合粉とした。なお、三次混合時に添加した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム以外の潤滑剤の記号と種類の関係は、実施例2と同様に表2に示す。また、三次混合時に使用した熱可塑性樹脂粉の記号と種類の関係と、それらの組成、重合方法、一次粒径、凝集粒径および分子量は、実施例1と同様に表3に示す。

【0071】なお、一部(鉄基混合粉No.2-17)では、三次混合時に潤滑剤とともに還元鉄粉(15質量%)を添加した。得られた鉄基混合粉について、実施例1と同様の試験方法で、充填性、圧縮性、偏析性を評価した。得られた結果を表4に示す。

【0072】

【表5】

表4-1

鉄基混合粉No	炭素粉末	混合用粉末	二次混合加熱温度	結 合 材	合計質量	遊離炭素	合計質量	遊離炭素	合計質量					
	アトマイズ鉄粉	還元鉄粉		炭素粉末		炭素粉末		炭素粉末						
質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%	質量%					
2-1	87.4(89.7)	10.0	2.0	0.6	140	0.07	—	—	—	0.30	0.37	—	0.40	0.40
2-2	82.4(84.6)	15.0	2.0	0.6	140	0.10	—	—	—	0.50	0.60	—	0.25	0.25
2-3	77.4(79.5)	20.0	2.0	0.6	140	0.12	—	—	—	0.40	0.52	—	0.20	0.20
2-4	67.4(69.2)	30.0	2.0	0.6	140	0.15	—	—	—	0.35	0.40	—	0.40	0.40
2-5	62.4(64.1)	35.0	2.0	0.6	140	0.20	—	—	—	0.40	0.60	—	0.35	0.25
2-6	87.4(89.7)	10.0	2.0	0.6	140	—	—	—	—	0.50	0.58	A 0.10	0.10	0.30
2-7	82.4(84.6)	15.0	2.0	0.6	140	—	—	0.15	0.45	0.60	B 0.20	—	0.20	0.35
2-8	82.4(84.6)	15.0	2.0	0.6	140	—	0.07	—	0.85	0.42	C 0.15	—	0.05	0.60
2-9	82.4(84.6)	15.0	—	0.6	2.0	140	—	0.10	0.15	0.40	0.65	A 0.20	—	0.20
2-10	77.4(79.5)	20.0	2.0	0.6	140	—	—	0.20	0.70	0.90	B 0.25	—	0.25	0.40
2-11	77.4(79.5)	20.0	2.0	0.6	140	—	0.08	—	0.38	0.44	D 0.20	—	0.10	0.40
2-12	77.4(79.5)	20.0	2.0	0.6	140	—	—	0.07	0.50	0.57	E 0.30	—	0.30	0.40
2-13	72.4(74.3)	25.0	2.0	0.6	140	0.08	—	—	0.40	0.48	F 0.20	—	0.20	0.35
2-14	72.4(74.3)	25.0	2.0	0.6	140	—	0.10	—	0.35	0.45	—	—	0.80	0.80
2-15	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	—	—	0.06	0.40	0.46	—	—	0.25	0.25
2-16	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	—	0.12	—	0.35	0.47	G 0.15	—	0.15	0.50
2-17	82.4(84.1)	10.0+15.0**	2.0	0.6	140	0.15	—	—	0.40	0.55	—	—	0.15	0.20
2-18	80.4(82.0)	37.0	2.0	0.6	140	—	0.10	—	0.35	0.45	F 0.20	—	0.20	0.30
2-19	87.4(100.0)	—	2.0	0.6	140	0.10	—	—	0.30	0.40	—	0.40	—	0.40
2-20	84.4(98.9)	3.0	2.0	0.6	140	—	—	0.10	0.35	0.45	—	—	0.40	0.40
2-21	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	0.02	—	—	0.06	0.08	B 0.20	0.10	—	0.30
2-22	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	0.10	—	—	1.30	1.40	A 0.20	0.10	—	0.45
2-23	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	0.08	—	—	0.30	0.38	—	—	—	0.20
2-24	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	—	0.08	—	0.35	0.41	C 0.04	—	0.04	0.04
2-25	87.4(89.2)	30.0	2.0	0.6	140	—	—	0.08	0.40	0.48	D 0.40	—	0.40	1.20

\*) ( ) 内 = (アトマイズ鉄粉) / (炭素粉末) × 100 (質量%)

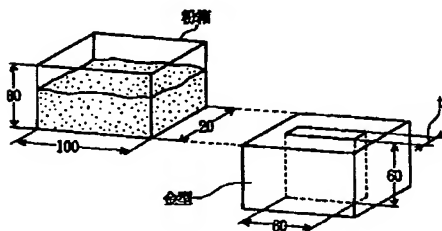
\*\*) 遊離炭素粉末

(表4-2)

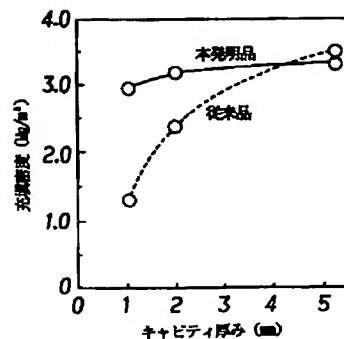
鉄基混合粉 No.	鉄基混合粉特性			備考
	充填性	圧縮性	偏析性	
	充填値	圧粉密度 kg/m <sup>3</sup>	炭素付着度 %	
2-1	0.80	6.88	83	本発明例
2-2	0.82	6.86	85	
2-3	0.83	6.86	86	
2-4	0.84	6.85	83	
2-5	0.87	6.83	86	
2-6	0.82	6.88	83	
2-7	0.82	6.85	82	
2-8	0.82	6.83	85	
2-9	0.84	6.86	86	
2-10	0.88	6.83	87	
2-11	0.83	6.86	86	
2-12	0.84	6.85	84	
2-13	0.83	6.85	82	
2-14	0.83	6.85	83	
2-15	0.84	6.85	83	
2-16	0.86	6.84	82	
2-17	0.86	6.83	85	
2-18	0.89	6.83	86	
2-19	0.33	6.90	84	比較例
2-20	0.25	6.89	83	
2-21	0.82	6.90	85	本発明例
2-22	0.60	6.80	86	
2-23	0.65	6.87	85	
2-24	0.60	6.89	85	
2-25	0.82	6.79	84	

【0074】本発明例（鉄基混合粉No.2-1～No.2-18）  
はいずれも、成形密度が6.83kg/m<sup>3</sup>以上、炭素付着度が8\*

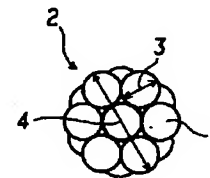
【図1】



【図2】



【図3】



\* 0%以上、かつ充填値が0.8以上と、優れた充填性、圧縮性および耐偏析性に優れた鉄基混合粉であることがわかる。一方、本発明範囲から還元鉄粉量が外れる鉄基混合粉（No.2-19、No.2-20）では、充填性が低下する。また、結合材量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No.2-21）では、偏析が若干大さくなる傾向を示し、また、結合材量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No.2-22）では、充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤が、熱可塑性樹脂、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちの1種も含まない、本発明の好適範囲から外れる鉄基混合粉（No.2-23）では、充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が、本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No.2-24）では、充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が、本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No.2-25）では、圧縮性が若干低下する傾向を示している。

【0075】

【発明の効果】本発明によれば、偏析が少なく、圧縮性に優れ、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を安価に製造でき、焼結部品の小型化に対応でき、幅の狭いキャビティを有する金型を使用して成形体を製造しても、密度の高い焼結部品を安定してかつ特性のばらつきを少なく製造できるという、産業上格段の効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】充填性試験に好適に使用できる試験装置の概略を模式的に示す概略説明図である。

【図2】従来の鉄基混合粉の充填密度と金型のキャビティ厚さとの関係を示すグラフである。

【図3】一次平均粒径、凝集平均粒径の定義を示す説明図である。

【符号の説明】

- 1 一次粒子
- 2 凝集粒子
- 3 一次粒子の粒径
- 4 凝集粒子の粒径



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**